



⑮ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 198 13 108 A 1**

⑤① Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**C 08 J 9/12**

②① Aktenzeichen: 198 13 108.9  
②② Anmeldetag: 25. 3. 98  
④③ Offenlegungstag: 30. 9. 99

**DE 198 13 108 A 1**

⑦① Anmelder:  
BASF AG, 67063 Ludwigshafen, DE

⑦② Erfinder:  
Glück, Guiscard, Dr., 55129 Mainz, DE; Hahn, Klaus,  
Dr., 67281 Kirchheim, DE; Dodel, Peter, Dr., 76835  
Rhodt, DE

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

⑤④ Verfahren zur Herstellung wasserexpandierbarer Styrolpolymerisate

⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Wasser als einzigem Treibmittel enthaltenden Styrolpolymerisaten durch Vermischen einer Polystyrol-Schmelze mit Wasser und einem Emulgierhilfsmittel in einem Extruder, Auspressen der Schmelze in ein Wasserbad und Granulierung des abgekühlten Stranges.

**DE 198 13 108 A 1**

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung was-  
serexpandierbarer Styrolpolymerisate (WEPS) durch Extrusion  
von Polystyrol unter Zusatz von Wasser.

Teilchenförmige expandierbare Styrolpolymerisate (EPS)  
können z. B. hergestellt werden durch Extrusion von Polystyrol  
unter Zusatz eines flüchtigen organischen Treibmittels. Übliche  
Treibmittel sind Kohlenwasserstoffe, insbesondere Pentan. Aus  
Umweltschutzgründen muß bei der Herstellung und Verarbeitung  
von EPS emittiertes Pentan wieder aufgefangen werden. Dies ist  
aufwendig und kostenintensiv. Es ist daher sinnvoll, diese  
organischen Substanzen längerfristig durch unbedenklichere  
Treibmittel zu ersetzen, beispielsweise durch Wasser.

In einer Dissertation der Universität Eindhoven "Water  
Expandable Polystyrene" von J.J. Crevecoeur aus dem Jahr  
1997 ist ein Verfahren zur Herstellung von WEPS beschrieben,  
bei dem zunächst Wasser in feiner Verteilung in Styrol mit  
Hilfe von oberflächenaktiven Substanzen emulgiert, das Styrol  
bis zu einem Umsatz von 50% polymerisiert, die Mischung unter  
Phasenumkehr in Wasser suspendiert und das Styrol schließlich  
mit Hilfe von Peroxid-Initiatoren auspolymerisiert wird. Als  
oberflächenaktive Substanzen werden amphiphile Emulgatoren  
eingesetzt, z. B. Natrium-Bis-(2-ethylhexyl)-sulfosuccinat  
oder Natrium-Styrolsulfonat oder Blockcopolymere aus  
Polystyrol-Blöcken und Polystyrol-sulfonat-Blöcken. Alle diese  
Substanzen weisen sowohl einen hydrophilen als auch einen  
hydrophoben Rest auf und sind daher in der Lage, Wasser in  
Styrol zu emulgieren.

Dieses Verfahren hat den Nachteil, daß es in zwei Stufen  
durchgeführt wird: Erst wird Wasser in der Styrol/Polystyrol-  
Mischung emulgiert, dann wird unter Phasenumkehr die  
organische Phase in Wasser suspendiert.

Aufgabe der Erfindung war es daher, ein einfacheres,  
einstufiges Verfahren zur Herstellung von WEPS zu entwickeln.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst,  
daß man eine Schmelze eines Styrolpolymerisats mit 3 bis  
20 Gew.-% Wasser und einem Emulgierhilfsmittel unter  
Druck vermischt, die Schmelze in ein unter Druck stehendes  
Kühlmedium auspreßt und dabei den ausgepreßten und  
abgekühlten Strang granuliert.

Bevorzugtes Styrolpolymerisat ist Polystyrol, es können  
aber auch Copolymere des Styrols mit bis zu 20 Gew.-% an  
Comonomeren, z. B. Alkylstyrole, Divinylbenzol, Acrylnitril,  
1,1-Diphenylethen oder  $\alpha$ -Methylstyrol, sowie Mischungen  
von Styrolpolymerisaten mit bis zu 20 Gew.-% anderer  
Polymerisate, wie Kautschuke oder Polyphenylenether  
eingesetzt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird zweckmäßigerweise  
in einem Extruder durchgeführt, wobei Temperaturen von 180  
bis 230°C, vorzugsweise 190 bis 220°C angewandt werden.  
Das Wasser wird dabei zweckmäßigerweise über eine Dosierpumpe  
eingepreßt, bevorzugt in Mengen von 5 bis 15 Gew.-% und  
insbesondere von 8 bis 13 Gew.-%, bezogen auf das  
Styrolpolymerisat. Das Emulgierhilfsmittel wird in Mengen  
von vorzugsweise 0,1 bis 12 Gew.-% und insbesondere von  
0,5 bis 8 Gew.-% zugesetzt. Emulgierhilfsmittel sind  
amphiphile organische Verbindungen, die sowohl hydrophile  
Gruppen, wie Hydroxyl-, Carboxyl- oder Aminreste, als auch  
hydrophobe Gruppen, wie Alkyl- oder Arylreste tragen. Sie  
bewirken, daß das Wasser, unterstützt durch die Scherung  
im Extruder, sich homogen in sehr feinen Tröpfchen in der  
Schmelze verteilt.

Das Emulgierhilfsmittel kann direkt als solches zugesetzt  
werden. Beispiele für geeignete Substanzen sind Salze langkettiger  
organischer Säuren, wie z. B. das Natriumsalz des

Sulfobernsteinsäure-di-2-ethylhexylesters, Natrium-bis-(2-  
ethylhexyl)-sulfosuccinat, Blockcopolymere aus Polystyrol-  
blöcken und Polystyrolsulfonatblöcken, ferner quartäre Am-  
moniumalkylsulfonate, oxalkylierte Ammoniumsalze, so-  
wie hydroxylgruppenhaltige Ester aus Fettsäuren oder Fett-  
alkoholen.

Das Emulgierhilfsmittel kann auch durch recycelte Polystyrol-  
Partikelschaumstoffe (EPS-Recyclat) eingebracht werden, die  
von der EPS-Herstellung her 0,2 bis 2 Gew.-% üblicher  
Beschichtungsmittel, z. B. Antistatika, Antiverklebungsmittel  
und/oder Mittel zur Verkürzung der Kühlzeit enthalten. Diese  
Beschichtungsmittel sind meist ebenfalls amphiphile organische  
Verbindungen. In diesem Fall kann das Styrolpolymerisat ganz  
oder teilweise aus EPS-Recyclat bestehen. Bevorzugt wird das  
EPS-Recyclat in Mengen von 5 bis 50 Gew.-% dem Styrolpolymerisat  
zugemischt.

Ferner ist es möglich, das Emulgierhilfsmittel in Form von  
thermolabilen organischen Verbindungen einzubringen, die bei  
Extrusionstemperaturen in amphiphile organische Verbindungen  
zersetzt werden. Beispiele sind Halogenverbindungen, wie  
Hexabromcyclododecan, 1,1,2,2-Tetrabrommethan und Chlorparaffin;  
organische Peroxide, wie Dibenzoylperoxid und Dicumylperoxid;  
Phosphorverbindungen, wie Arylphosphate.

Es ist zweckmäßig, bei der Extrusion übliche Keimbildner,  
z. B. Talkum oder Polyethylenwache zuzusetzen, ferner organische  
Bromverbindungen, wie Hexabromcyclododecan als Flamm-  
schutzmittel, vorzugsweise zusammen mit Flamm-  
schutzsynergisten. In diesem Fall müssen etwas höhere Mengen  
als üblich, z. B. 0,5 bis 5 Gew.-%, zugesetzt werden, da ein  
Teil der Bromverbindungen bei den hohen Extrusionstemperaturen  
zerfällt.

Die Temperatur, bei der die Schmelze aus der Düse ausgepreßt  
wird, sollte höher liegen als die Glas-temperatur des Styrolpolymerisats,  
vorzugsweise im Bereich zwischen 120 und 180°C. Damit bei  
diesen Temperaturen das im Styrolpolymerisat enthaltene Wasser  
nicht verdampft und ein vorzeitiges Verschäumen bewirkt, muß  
rasch und unter Druck abgekühlt werden. Dazu wird die Schmelze  
in ein Kühlmedium, vorzugsweise in ein unter Raumtemperatur  
und unter einem Druck von 2 bis 20, vorzugsweise 5 bis 15 bar,  
stehendes Wasserbad eingepreßt. Dort wird der abgekühlte  
Schmelzstrang granuliert.

Bei der Granulierung entstandene WEPS-Partikel enthalten  
2 bis 20, insbesondere 5 bis 15 Gew.-% Wasser. Ihre Partikelgröße  
beträgt 0,2 bis 5, vorzugsweise 0,5 bis 2 mm. Sie können mit  
110 bis 140°C heißer Luft oder überhitztem Wasserdampf zu  
Schaumstoffpartikeln geschäumt werden. Ein besonders elegantes  
Schäumverfahren, welches zu Schaumpartikeln mit sehr niedriger  
Schüttdichte führt, ist in der Deutschen Patentanmeldung P...  
beschrieben.

Die WEPS-Schaumpartikel können wie herkömmliche EPS-  
Schaumpartikel zu Schaumstoff-Platten, -Blöcken oder -Formteilen  
verschweißt werden, die als Isolier- oder Verpackungsmaterialien  
verwendet werden können.

Die in dem Beispiel genannten Prozente beziehen sich auf  
das Gewicht.

## Beispiel

Eine Vormischung aus 25 kg Polystyrol PS 158 K (BASF AG)  
und 12,5 g Talkum HP 325 wird in einem Zweisechneckenextruder  
(ZSK 30) bei einer Massetemperatur von maximal 220°C  
aufgeschmolzen. Zu der Schmelze im Extruder wird zusätzlich  
noch 5 Gew.-% Lutensit A-BO (BASF AG) und 10 Gew.-% Wasser  
zudosiert. Die aus der Extruderdüse (Düsentemperatur 160°C)  
austretende Schmelze wird mittels eines Unterwassergranulators  
der Firma Gala (USA)

granuliert. Die Granulierung wird unter 10 bar Druck durchgeführt. Dieser Druck wird über eine Drossel (Schlauch mit 80 m Länge) erzielt, die zwischen Granulierung und Trockner eingebaut ist. Man erhält ein perlartiges Granulat mit einem mittleren Durchmesser von circa 1,5 mm. (Lutensit A-BO ist das Natriumsalz des Sulfobernsteinsäure-di-2-ethylhexylesters).

Das Granulat wird mit 130°C heißer Luft aufgeschäumt. Dabei expandieren die Perlen auf das 10-fache ihres ursprünglichen Schüttgewichtes von 600 g/l. Die vorgeschäumten Perlen werden anschließend in einem Strom von trockener, 70°C warmer Luft vom Restwasser befreit. Schließlich werden die Perlen in einem konventionellen Vorschäumer für EPS mittels Wasserdampf weiter geschäumt. Nach dreimaligem Schäumen mit Wasserdampf und dazwischenliegender jeweiliger Trocknung von Restwasser erhält man Schaumstoffperlen mit einer Schüttdichte von 10 g/l.

#### Patentansprüche

20

1. Verfahren zur Herstellung von Wasser als einzigem Treibmittel enthaltenden Styrolpolymerisaten durch Vermischen einer Schmelze des Styrolpolymerisats mit 3 bis 20 Gew.-% Wasser und einem Emulgierhilfsmittel unter Druck, Auspressen der Schmelze in ein unter erhöhtem Druck stehendes Kühlmedium und Granulieren des abgekühlten Strangs.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Emulgierhilfsmittel in Mengen von 0,1 bis 12 Gew.-% zugesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Emulgierhilfsmittel eine amphiphile organische Verbindung ist, die sowohl hydrophile als auch hydrophobe Gruppen trägt.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Vermischen von Styrolpolymerisat mit Wasser und dem Emulgierhilfsmittel in einem Extruder bei Temperaturen zwischen 180 und 230°C durchgeführt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schmelze in ein Wasserbad ausgepreßt wird, welches Raumtemperatur aufweist und unter Druck von 2 bis 20 bar steht.
6. Verwendung der nach Anspruch 1 hergestellten, 2 bis 15 Gew.-% Wasser enthaltenden Styrolpolymerisate zur Herstellung von Schaumstoffen.

50

55

60

65

- Leerseite -